

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

75

(11)Publication number : 2003-227949

(43)Date of publication of application : 15.08.2003

(51)Int.Cl.

G02B 6/12

C08G 77/14

(21)Application number : 2002-029516

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 06.02.2002

(72)Inventor : KODAMA KINYA
KASHIWAGI TSUTOMU
SHIOBARA TOSHIO

(54) OPTICAL WAVEGUIDE FORMING MATERIAL AND METHOD FOR MANUFACTURING OPTICAL WAVEGUIDE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an optical waveguide forming material which is easily produced at low costs of starting materials, has low tackiness in the uncured state after coating on a substrate, gives a film excellent in sensitivity, resolution, heat and moisture resistances and adhesiveness and undergoes easy adjustment of refractive index.

SOLUTION: The optical waveguide forming material comprises a photo-setting organopolysiloxane composition containing (A) a (meth)acryloyloxyl-containing organopolysiloxane having a weight average molecular weight of 1,000-100,000 represented by the average composition formula $(CH_2=CR_1COO(CH_2)_n)_a(Ph)_bR_2c(R_3O)_dSiO(4-a-b-c-d)/2$ (where R_1 is H or methyl; R_2 is a 1-8C alkyl or a 2-8C alkenyl; Ph is phenyl; R_3 is H or a 1-4C alkyl; $0.05 \leq a \leq 0.9$; $0.1 \leq b \leq 0.9$; $0 \leq c \leq 0.2$; $0 < d \leq 0.5$; $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$; and $n=2-5$) and (B) a photosensitizer. A method for manufacturing an optical waveguide using the optical waveguide forming material is provided.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.06.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

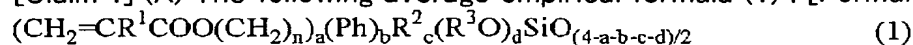
JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (A) The following average empirical formula (1) : [Formula 1]



(Among a formula, in a hydrogen atom or a methyl group, and R2, the alkyl group of the carbon atomic numbers 1-8 or the alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2-8, and Ph show a phenyl group, and R3 shows [R1] the alkyl group of unsubstituted [of a hydrogen atom or the carbon atomic numbers 1-4], or an alkoxy permutation.) a is a number with which $0.1 \leq b \leq 0.9$ and c are satisfied with of $0 \leq c \leq 0.2$, and, as for $0.05 \leq a \leq 0.9$ and b, d is satisfied of $0 < d \leq 0.5$ and $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$, respectively. n is the integer of 2-5. It is expressed. The optical waveguide formation ingredient characterized by weight average molecular weight consisting of a photoresist organopolysiloxane constituent containing the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane (B) photosensitizer which are 1,000-100,000 (polystyrene reduced property by GPC).

[Claim 2] (A) The (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of a component is the following general formula (2). : $\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{COO}-(\text{CH}_2)_n-\text{Si}^3(\text{OR}^4)_3$ (2) (in R1, a hydrogen atom or a methyl group, and R4 show unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group among a formula, and n is the integer of 2-5.) The (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane expressed and the following general formula (3): $\text{PhSi}^3(\text{OR}^5)_3$ (Ph shows a phenyl group among a formula and R5 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (3) the phenyl trialkoxysilane expressed — per [0.2] one mol of silanes of said general formula (2) - 20 molar quantity, and the following general formula (4): $\text{R}^2\text{Si}(\text{OR}^6)_3$ (R2 shows the alkyl group of the carbon atomic numbers 1-8, or the alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2-8 among a formula, and R6 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (4) The optical waveguide formation ingredient according to claim 1 which is what is obtained [organotrialkoxysilane / which is expressed] a cohydrolysis and by carrying out condensation polymerization per [0] one mol of silanes of said general formula (2) - in 5 molar quantity.

[Claim 3] The manufacture approach of the optical waveguide characterized by irradiating light and obtaining a hardening coat after applying an optical waveguide formation ingredient according to claim 1 or 2 on a base material.

[Translation done.]

* NOTICES *

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the optical waveguide formation ingredient which consists of an ingredient which forms the waveguide as an optical transmission object, and a photoresist organopolysiloxane constituent which gives the coat which was excellent in thermal resistance and moisture resistance even if it specifically carried out thick-film formation by optical exposure, and the manufacture approach of optical waveguide using it.

[0002]

[Description of the Prior Art] Problems of property degradation of crack-proof [although observed as optical transmission objects, such as optical waveguide, from points, like a price is cheap and the workability of the polysiloxane system resin which is polymeric materials of (2) thermal resistance with high (1) transparency is also expensive compared with high (3) quartz glass etc. / at the time of thick-film formation] nature, the transmission loss under a high-humidity environment, etc., and a process, such as a troublesome point, remain.

[0003] Then, in order to solve the trouble of these polysiloxanes system resin, the technique about optical waveguide formation with the thick film exceeding 20 micrometers is indicated by JP,2001-59918,A by using silicone ladder system resin. It was characterized by heat-curing mold resin, a dry etching process is included on the occasion of optical waveguide manufacture, and this had the troublesome process.

[0004] Moreover, the technique which produces the core ridge of optical waveguide directly by photoresist silicone oligomer in the patent No. 3133039 official report by the simple approach of flushing the unreacted part after optical bridge formation (protection-from-light part with a mask) with a suitable solvent is indicated. In addition, the description of this optical waveguide material is not the oligomer which is in the place which makes siloxane oligomer mix the molecule which has a photopolymerization nature machine, and the photopolymerization nature machine combined with direct silicon by covalent bond.

[0005] Although a plastics system optical material generally has the propagation loss of the light by moisture absorption in the bottom of a high-humidity environment including a polysiloxane and solution of this problem is aimed at by covering the cladding layer of optical waveguide in an amorphous fluororesin layer at JP,2001-33640,A, this is not what gave direct moisture resistance to the resin which forms a core and a cladding layer. Although the photoresist organopolysiloxane constituent is indicated by JP,08-311139,A, since the acrylic functionality organopolysiloxane resin used in this constituent is what (that is, blocked by the Tori ORGANO siloxy radical) does not have functionality radicals, such as an alkoxy group or a hydroxy group, in a molecule, it is inferior to the adhesive property over the base material under heating conditions etc., and there is no description of the meaning about the refractive index which is a factor important as an optical waveguide ingredient in it.

[0006] Therefore, also in the time of thick-film formation, it excels in the heatproof of a coat, moisture resistance, the adhesive property over a base material, etc., and easy and the technical development given advantageously industrially are expected the optical waveguide of high quality as an optical transmission object.

[0007] It was made in view of the above-mentioned situation, this invention is excellent in sensibility and definition, and even if it carries out thick-film formation, it aims at the thing which used the optical waveguide formation ingredient and it which consist of a photoresist organopolysiloxane constituent which gives the coat excellent in thermal resistance and moisture resistance, and an adhesive property and for which the manufacture approach of advantageous optical waveguide is offered practical and industrially.

[0008]

[The means for solving a technical problem and the gestalt of implementation of invention] The (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane expressed with the following general formula (2) as a result of repeating examination wholeheartedly, in order that this invention person may attain the above-mentioned purpose, It is expressed with the following average empirical formula (1) which can obtain the phenyl trialkoxysilane expressed with the following general formula (3), and the organotrialkoxysilane expressed with the following general formula (4) as occasion demands a cohydrolysis and by carrying out condensation polymerization at a specific rate. Mean molecular weights are 1,000-100,000 (polystyrene reduced property by GPC). The siloxane frame of resin consists of only 3 functionality siloxane units (namely, ORGANO silsesquioxane unit) substantially. The (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which the photopolymerization nature machine combined with the direct silicon atom by covalent bond, Even if the photoresist organopolysiloxane constituent which comes to contain a photosensitizer is excellent in sensibility and definition and carries out thick-film formation, the coat excellent in thermal resistance and moisture resistance is given after hardening, furthermore, the organic radical (an alkyl group —) of (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane A refractive index is also easily controllable only by changing the introductory ratio of the monovalent hydrocarbon radical combined with silicon atoms, such as an alkenyl radical and a phenyl group, Therefore, by applying this photoresist organopolysiloxane constituent on a base material, irradiating light and stiffening it The knowledge of the ability to manufacture industrially advantageously the optical waveguide which also sets at the time of thick-film formation, and does not have property degradation of crack-proof nature, the adhesive property under heating conditions, the optical transmission loss under a moisture-proof environment, etc., without needing dry etching only with photolithography is carried out, and it came to make this invention.

[0009] therefore, this invention — (I) (A) following average empirical formula (1): — [Formula 2]

$$(\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{COO}(\text{CH}_2)_n)_a(\text{Ph})_b\text{R}^2_c(\text{R}^3\text{O})_d\text{SiO}_{(4-a-b-c-d)/2} \quad (1)$$

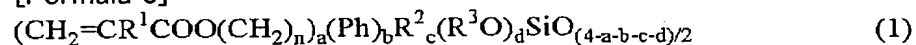
(Among a formula, in a hydrogen atom or a methyl group, and R2, the alkyl group of the carbon atomic numbers 1-8 or the alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2-8, and Ph show a phenyl group, and R3 shows [R1] the alkyl group of unsubstituted [of a hydrogen atom or the carbon atomic numbers 1-4], or an alkoxy permutation.) a is a number with which $0.1 \leq b \leq 0.9$ and c are satisfied with of $0 \leq c \leq 0.2$, and, as for $0.05 \leq a \leq 0.9$ and b, d is satisfied of $0 < d \leq 0.5$ and $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$, respectively. n is the integer of 2-5. It is expressed. The optical waveguide formation ingredient characterized by weight average molecular weight consisting of a photoresist organopolysiloxane constituent containing the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane (B) photosensitizer which are 1,000-100,000 (polystyrene reduced property by GPC), (II) The (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of the above-mentioned (A) component is the following general formula (2). : $\text{CH}_2=\text{CR}^1\text{COO}-(\text{CH}_2)_n-\text{Si}^3(\text{OR}^4)_2$ (2) (in R1, a hydrogen atom or a methyl group, and R4 show unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group among a formula, and n is the integer of 2-5.) The (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane expressed and the following general formula (3): $\text{PhSi}^3(\text{OR}^5)_3$ (Ph shows a phenyl group among a formula and R5 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (3) the phenyl trialkoxysilane expressed — per [0.2] one mol of silanes of said general formula (2) - 20 molar quantity, and the following general formula (4): $\text{R}^2\text{Si}(\text{OR}^6)_3$ (R2 shows the alkyl group of the carbon atomic numbers 1-8, or the alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2-8 among a formula, and R6 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (4) The

above-mentioned optical waveguide formation ingredient obtained [organotrialkoxysilane / which is expressed] a cohydrolysis and by carrying out condensation polymerization per [0] one mol of silanes of said general formula (2) – in 5 molar quantity, (III) The manufacture approach of the optical waveguide characterized by irradiating light and obtaining a hardening coat is offered after applying the above-mentioned optical waveguide formation ingredient on a base material.

[0010] Hereafter, when it explains per this invention and also to a detail, the siloxane frame in a molecule which the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of the (A) component used for this invention is shown by the following general formula (1), and has the structure which branched in the shape of a three-dimensions network is organopolysiloxane which consists of only 3 functionality siloxane units (namely, ORGANO silsesquioxane unit) substantially.

[0011]

[Formula 3]



(Among a formula, in a hydrogen atom or a methyl group, and R2, the alkyl group of the carbon atomic numbers 1–8 or the alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2–8, and Ph show a phenyl group, and R3 shows [R1] unsubstituted [of a hydrogen atom or the carbon atomic numbers 1–4], or an alkoxy permutation alkyl group.) a is a number with which $0.1 \leq b \leq 0.9$ and c are satisfied with of $0 \leq c \leq 0.2$, and, as for $0.05 \leq a \leq 0.9$ and b, d is satisfied of $0 < d \leq 0.5$ and $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$, respectively, and n is the integer of 2–5.

[0012] As a substituent R2 in the above-mentioned formula (1), for example A methyl group, an ethyl group, A propyl group, an isopropyl group, butyl, an isobutyl radical, tert-butyl, A pentyl radical, a neopentyl radical, a hexyl group, a heptyl radical, a cyclohexyl radical, The alkenyl radical of the carbon atomic numbers 2–8, such as the alkyl group of the carbon atomic numbers 1–8, such as a cycloheptyl radical, an octyl radical, and an alpha-ethylhexyl radical, a vinyl group, an allyl group, a propenyl radical, an isopropenyl radical, and a butenyl group, is mentioned, and a methyl group is desirable especially. In addition, the alkyl group which deuterated a part or all of a hydrogen atom that was combined with the carbon atom of the alkyl group illustrated above can also be used.

[0013] As an alkyl group of unsubstituted [of the carbon atomic numbers 1–4 of R3], or an alkoxy permutation, a methyl group, an ethyl group, a propyl group, an isopropyl group, butyl, an isobutyl radical, tert-butyl, a methoxymethyl radical, a methoxy ethyl group, an ethoxy methyl group, and an ethoxyethyl radical are mentioned, for example, and a methyl group is desirable especially. In addition, the alkyl group which deuterated these (preferably too heavy hydrogenation) can also be used.

[0014] Among a formula (1), in Kami whom a constituent shows photosensitivity, a shows the rate of a (meth)acryloyloxy radical of playing an important role, and is $0.05 \leq a \leq 0.9$ and a number with which are preferably satisfied of $0.1 \leq a \leq 0.5$. It is $0.5 \leq b \leq 0.9$ preferably. the amount of the phenyl group which gives thermal resistance to the hardened material with which b is obtained – being shown – $0.1 \leq b \leq 0.9$ – c – $0 \leq c \leq 0.2$ – desirable – $0 \leq c \leq 0.1$ and d – $0 < d \leq 0.5$ – desirable – $0 < d \leq 0.1$ – $0.01 \leq d \leq 0.1$ is satisfied more preferably, and they are $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$ and the number with which are preferably satisfied of $1 \leq a+b+c+d \leq 1.1$. n is the integer of 2–5 and is $n = 3$ preferably.

[0015] Moreover, the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of a formula (1) only changes the introductory ratio of the organic radical in organopolysiloxane (monovalent hydrocarbon radical combined with silicon atoms, such as an alkyl group, an alkenyl radical, and a phenyl group), and can adjust the refractive index nD easily. Generally the difference of the refractive index of a core and a cladding layer is just over or below 0.3%, and optical waveguide can perform control of the refractive index in the above-mentioned organopolysiloxane by changing the introductory ratio of an organic radical (alkoxy group combined with the monovalent hydrocarbon radical combined with silicon atoms, such as an alkyl group, an alkenyl radical, and a phenyl group, or the silicon atom). In addition, the refractive index nD of the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of a formula (1) can be made into the range of 1.47–1.55,

especially 1.50–1.55.

[0016] Weight average molecular weight is 1,000–100,000 (it is based on GPC it is the same as that of a polystyrene reduced property and the following), and the above-mentioned (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane is 5,000–50,000 preferably. The coat which was excellent in thermal resistance and moisture resistance when weight average molecular weight was too small is not obtained, but the purpose of this invention may be unable to be attained, if too large, the solubility over a solvent may fall, and the definition at the time of optical waveguide manufacture may fall.

[0017] The (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of the above-mentioned formula (1) is for example, the following general formula (2). : $\text{CH}_2=\text{CR}_1\text{COO}-(\text{CH}_2)_n-\text{Si}_3(\text{OR}_4)$ (2) (R_1 and n are the same as the above among a formula, and R_4 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) The (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane expressed and the following general formula (3): $\text{PhSi}_3(\text{OR}_5)$ (Ph is the same as the above among a formula, and R_5 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (3) The phenyl trialkoxysilane shown and also the need are accepted, and it is the following general formula (4). : $\text{R}_2\text{Si}_3(\text{OR}_6)$ (R_2 is the same as the above among a formula, and R_6 shows unsubstituted or an alkoxy permutation alkyl group.) (4) The organotrialkoxysilane expressed can be manufactured by presenting a cohydrolysis and condensation polymerization.

[0018] Unsubstituted or the alkoxy permutation alkyl group expressed with R_4 of said general formula (2) here Generally the thing of the carbon atomic numbers 1–12, especially the thing of the carbon atomic numbers 1–4 are desirable. As such an unsubstituted alkyl group and an alkoxy permutation alkyl group For example, a methyl group, an ethyl group, a propyl group, an isopropyl group, butyl, An isobutyl radical, tert-butyl, a pentyl radical, a neopentyl radical, a hexyl group, a heptyl radical, an octyl radical, a nonyl radical, a decyl group, the dodecyl, a methoxymethyl radical, a methoxy ethyl group, an ethoxy methyl group, an ethoxyethyl radical, etc. are mentioned. A methyl group is desirable especially and it can also use the alkyl group deuterated for the purpose.

[0019] The thing same as unsubstituted [which is expressed with R_5 of said general formula (3) and R_6 of said general formula (4)] or an alkoxy permutation alkyl group as unsubstituted or the alkoxy permutation alkyl group expressed with said R_4 is mentioned.

[0020] As an example of (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane expressed with said general formula (2), acryloyloxypropyl trimethoxysilane, acryloyloxypropyl triethoxysilane, an acryloyloxypropyl tripropoxy silane, acryloyloxypropyl (2-methyl) trimethoxysilane, acryloyloxypropyl (2-methyl) triethoxysilane, an acryloyloxy pro PIRUTORI (methoxyethoxy) silane, etc. are mentioned, for example.

[0021] As an example of phenyl trialkoxysilane expressed with said general formula (3), phenyltrimethoxysilane, phenyltriethoxysilane, a phenyl tripropoxy silane, a phenyl TORIBUTOKI gardenia fruit run, etc. are mentioned, for example.

[0022] As an example of organotrialkoxysilane expressed with said general formula (4) For example, methyl trimethoxysilane, methyl triethoxysilane, a methyl tripropoxy silane, MECHIRUTORI butoxysilane, ethyltrimethoxysilane, ethyltriethoxysilane, An ethyl tripropoxy silane, ECHIRUTORI butoxysilane, propyltrimethoxysilane, Alkenyl trialkoxysilane, such as alkyltrialkoxysilane, such as propyl triethoxysilane, a propyl tripropoxy silane, and pro PIRUTORI butoxysilane, vinyltriethoxysilane, and a BINIRUTORI (methoxyethoxy) silane, etc. is mentioned.

[0023] By the above-mentioned manufacture approach, the silane of a general formula (silane:general formula (3 of 2)) can first obtain preferably 1:0.2–20 and the cohydrolysis condensate which is made to carry out a cohydrolysis reaction under acid-catalyst existence, and has a silanol group by the mole ratio by using it so that it may become the range of 1:1–5 preferably for the (meth)acryloyloxy alkyltrialkoxysilane of a general formula (2), and the phenyl trialkoxysilane of a general formula (3).

[0024] here — the mole ratio of the silane of a formula (2), and the silane of a formula (3) — the above — the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane of the formula (1) made into the purpose for it to be out of range cannot be obtained.

[0025] Furthermore, although the organotrialkoxysilane of a formula (4) can be blended with the

silane of a formula (2) and (3) in this case if needed, if especially the loadings of the organotrialkoxysilane of a formula (4) have desirable 0 – 2 molar quantity zero to 4 molar quantity per one mol of silanes of said general formula (2) and there are too many loadings, R2 amount in an empirical formula (1) may increase, and thermal resistance and moisture resistance may worsen.

[0026] As for the aforementioned cohydrolysis, it is desirable to carry out to the bottom of existence of an acid catalyst. The inorganic acid and organic acid which are a well-known acid catalyst as an acid catalyst can be used, and, specifically, organic acids, such as inorganic-acid; acetic acids, such as a hydrochloric acid and a sulfuric acid, and oxalic acid, are mentioned. Oxalic acid is desirable especially.

[0027] The amount of the acid catalyst used cannot obtain the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which has the specific average molecular weight of the target formula (1) to the total quantity 100 weight section of the alkoxysilane shown by said general formula (2), (3), and (4) when the 0.1 – 4.0 weight section is usually suitable and there are too few amounts of acid catalysts. What is necessary is just to usually perform a cohydrolysis at 0–50 degrees C.

[0028] Thus, condensation polymerization is presented with the cohydrolysate obtained next. The conditions of this condensation polymerization reaction are important at Kami who controls the molecular weight of the organopolysiloxane of said general formula (1).

[0029] As for especially a polycondensation reaction condition, it is desirable under 70–80-degree C reaction temperature conditions to consider as for 120 – 180 minutes more than for 60 minutes. Reaction temperature may be too low or short ** past ** and a polycondensation reaction may not progress [reaction time] to satisfaction.

[0030] In order to obtain especially with a mean molecular weights of 1,000 or more (polystyrene reduced property by GPC), for example, weight average molecular weight, organopolysiloxane, it is desirable to carry out condensation polymerization of the silanol group produced by the above-mentioned cohydrolysis and the alkoxy group in which after a cohydrolysis remains by the above-mentioned reaction condition. Thus, in the cohydrolysis condensation polymerization object pass a cohydrolysis and condensation polymerization, a part of alkoxy group remains, and while some silanol groups have also been unreacted, it remains. By containing in a molecule this alkoxy group and/or silanol group (namely, hydroxy group combined with the silicon atom) that remain indispensable, the optical waveguide ingredient which is made to harden this constituent and is obtained becomes the thing excellent in the adhesive property over a base material, or an optical waveguide ingredient comrade's adhesive property also in the bottom of a heating condition.

[0031] Especially although there will be especially no limit as a photosensitizer of the (B) component used for this invention if usually used as a photosensitizer, the thing excellent in transparency is suitable. Specifically, the compound which has benzoyl, for example, 2-hide ROKISHI-2-methylpropiohenone, 1-hide ROKISHI cyclohexyl phenyl ketone, a tetrapod (tert-butyl PEROKISHI carbonyl) benzophenone, a benzophenone, etc. are mentioned as a photosensitizer.

[0032] (B) the loadings of the photosensitizer of a component — the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane 100 weight section of the aforementioned (A) component — receiving — 0.0001 – 20 weight section — it is 0.1 – 10 weight section preferably.

[0033] The optical waveguide formation ingredient which consists of the photoresist organopolysiloxane constituent of this invention can be blended according to the need besides the above (A) and the (B) component in the range which does not bar the effectiveness of this invention for polymerization inhibitor, such as solvent, for example, the hydroquinone monomethyl ether, 2, and 6-JI (tert-butyl)-4-methyl phenol, the other additives further usually used for a photoresist organopolysiloxane constituent.

[0034] As a solvent, toluene, a xylene, methyl isobutyl ketone, 1-methoxy-2-propanol, etc. are mentioned, for example, and the amount used has 0 – 80 desirable % of the weight at the whole constituent.

[0035] The photoresist organopolysiloxane constituent concerning this invention can mix and obtain to homogeneity the aforementioned (A) component and the (B) component, and the

component that still needs others.

[0036] Thus, the optical waveguide formation ingredient which consists of the constituent of obtained this invention is used as follows, for example. Namely, a solvent is removed, when it applies to a predetermined base using coaters, such as a spinner, and a solvent is contained in a constituent. Preferably, light is irradiated and 10–100 micrometers (thickness after solvent desiccation) of exposure parts of this constituent coat are stiffened, after forming a 40–80–micrometer constituent coat more preferably and covering a constituent coat front face with direct or a photo mask to this using a mask aligner etc.

[0037] As a base to be used, a silicon wafer, quartz glass, etc. are mentioned, for example.

[0038] Moreover, as an exposure light, ultraviolet rays, such as far ultraviolet rays (wavelength: 193nm of examples, 253nm), i line (wavelength: 365nm), g line (wavelength: 436nm), and h line (wavelength: 405nm), are mentioned, for example, and an optical exposure can be made into the range of 20–1,000mJ.

[0039] The constituent coat which is not hardened [which was covered with said photo mask] can form independent and the pattern according to said photo mask for solvents, such as methyl isobutyl ketone, toluene, isopropyl alcohol, a hexane, and an acetone, by mixing, using and removing [dissolve and]. After hardening, by heating at 100–150 degrees C preferably for 1 to 2 hours, volatile matter, such as a solvent which remains in the stiffened constituent coat, disperses completely, and the coat excellent in thermal resistance, moisture resistance, and adhesion can be obtained.

[0040] Since the optical waveguide formation ingredient of this invention can perform control of the refractive index easily only by changing the introductory ratio of an organic radical as described above, a refractive index can be used for it as a formation ingredient of a core layer and a cladding layer by adjusting suitably. In addition, generally, the difference of the refractive index of a core and a cladding layer is just over or below 0.3%, and optical waveguide is using this invention ingredient which has the specific refractive-index difference from which the introductory ratio of an organic radical differs, and can form a cladding layer and both the layers of a core layer with this invention ingredient.

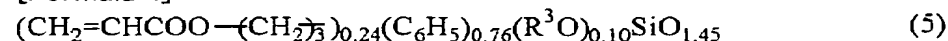
[0041]

[Example] Although an example and the example of a comparison are shown and this invention is explained still more concretely hereafter, this invention is not restricted to the following example. In addition, a mean molecular weight is a polystyrene reduced property by GPC (gel permeation chromatograph) among this example, and Notation Mw means weight average molecular weight, and nD means the refractive index of a polymer.

[0042] The [example 1] acryloyloxypropyl (triethoxysilane i) 56.2 weight section and the phenyltrimethoxysilane (ii) 182.4 weight section were taught to the flask (the mole ratio of (i):(ii) = 24:76), it added under stirring of the solution which mixed the water 46.1 weight section and the oxalic acid 2 hydrate 7.2 weight section as an acid catalyst to this, and the hydrolysis reaction was performed at 25 degrees C. Next, the condensation polymerization reaction was performed for 180 minutes, distilling off the alcohols which heated and carried out the byproduction of the reaction mixture to 80 degrees C.

[0043] A part for acidity was extracted after dissolving the obtained hydrolysis condensation polymerization object in toluene until extract water became neutrality with pure water. Then, the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which carries out reduced pressure distilling off of the toluene by 100 degrees C / 5mmHg, and is shown with the following empirical formula (5) of the (A) component as a resin-like solid was obtained. In addition, as a result of measuring the average molecular weight (MW) of this (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane, it was 8,000 and was nD=1.530.

[Formula 4]



(However, R3 is the mixture of a methyl group, an ethyl group, and a hydrogen atom.)

[0044] Next, after adding the 2-hide ROKISHI-2-methylpropiohenone 3 weight section to the solution which dissolved the obtained (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane 100

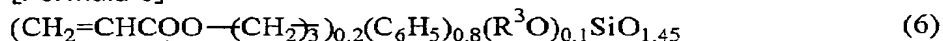
weight section in the toluene 20 weight section, the aperture filtered with the membrane filter which is 0.5 micrometers, and obtained the constituent I-1 concerning this invention. The obtained constituent I-1 was applied with the spin coat method on the silicon wafer, and was dried with 80-degree-C dryer for 10 minutes. This constituent coat did not have adhesiveness in the state of un-hardening.

[0045] After making this constituent coat use, expose and harden a mask aligner (400mJ), it washed by isopropyl alcohol and the coat (cladding layer) which stiffened the constituent whose thickness is 25 micrometers on the silicon wafer was obtained. The base covered with this cladding layer was dried at 100 degrees C for 1 hour.

[0046] On the other hand, the acryloyloxypropyl (triethoxysilane i) 93.6 weight section and the phenyltrimethoxysilane (ii) 384 weight section were taught to the flask (the mole ratio of (i):(ii) = 20:80), it added under stirring of the solution which mixed the water 46.1 weight section and the oxalic acid 2 hydrate 7.2 weight section as an acid catalyst to this, and the hydrolysis reaction was performed at 25 degrees C. Next, the condensation polymerization reaction was performed for 180 minutes, distilling off the alcohols which heated and carried out the byproduction of the reaction mixture to 80 degrees C.

[0047] A part for acidity was extracted after dissolving the obtained hydrolysis condensation polymerization object in toluene until extract water became neutrality with pure water. Then, the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which carries out reduced pressure distilling off of the toluene by 100 degrees C / 5mmHg, and is shown with the following empirical formula (6) of the (A) component as a resin-like solid was obtained. In addition, as a result of measuring the average molecular weight (MW) of this (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane, it was 8,000 and was $n_D=1.534$.

[Formula 5]



(However, R3 is the mixture of a methyl group, an ethyl group, and a hydrogen atom.)

[0048] Next, the 2-hide ROKISHI-2-methylpropiohenone 3 weight section was added to the solution which dissolved in the obtained (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane 100 weight section and the toluene 20 weight section, it filtered with the membrane filter whose aperture is 0.5 micrometers, and constituent II-1 concerning this invention was obtained.

Constituent II-1 obtained was applied to cladding layer Kami formed on said silicon wafer with the spin coat method, and it was dried with 80-degree-C dryer for 10 minutes. This constituent coat did not have adhesiveness in the state of un-hardening.

[0049] The mask aligner was used for the above-mentioned constituent coat, and after sticking the photo mask which formed the pattern according to optical waveguide beforehand and exposing and hardening it (400mJ), when negatives were developed using isopropyl alcohol, thickness obtained the resolving pattern (core layer) of 50micromL/S by 40 micrometers to cladding layer Kami. 100 degrees C of bases covered with this lower clad core layer were dried for 1 hour.

[0050] Furthermore, the above-mentioned constituent I-1 was applied to obtained lower clad core layer Kami with the spin coat method, and it was made to dry with 80-degree-C dryer for 10 minutes. This constituent coat did not have adhesiveness in the state of un-hardening.

[0051] After making the above-mentioned constituent coat use, expose and harden a mask aligner (400mJ), when it washed using isopropyl alcohol, it calculated from lower cladding layer upper limit to lower clad core layer Kami, and the up cladding layer whose thickness is 70 micrometers was obtained. 100 degrees C of this optical waveguide were dried for 1 hour.

[0052] About the above-mentioned optical waveguide, thermal resistance and moisture resistance were evaluated by the following approach.

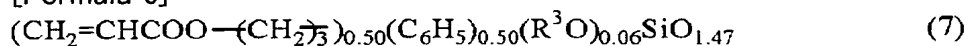
with the 200-degree C dryer, heat resistance test profit **** optical waveguide was heated for 500 hours. Consequently, the exfoliation from a base and generating of a crack were not seen. the humidity test constituent I and Constituent II — a quartz-glass top — applying — photo-curing — the film with a thickness of 100 micrometers — forming — 85 degree C and 85%RH, and the constant temperature of 500 hours — constant humidity processing was performed. In

measurement with a permeability of 400nm – 1,600nm, the result after processing is the same as the result before processing, and the change by moisture absorption was not seen.

[0053] The [example 2] acryloyloxypropyl (triethoxysilane i) 117 weight section and the phenyltrimethoxysilane (ii) 120 weight section were taught to the flask (the mole ratio of (i):(ii) = 50:50), it added under stirring of the solution which mixed the water 46.1 weight section and the oxalic acid 2 hydrate 7.2 weight section as an acid catalyst to this, and the hydrolysis reaction was performed at 25 degrees C. Next, the condensation polymerization reaction was performed for 180 minutes, distilling off the alcohols which heated and carried out the byproduction of the reaction mixture to 80 degrees C.

[0054] A part for acidity was extracted after dissolving the obtained hydrolysis condensation polymerization object in toluene until extract water became neutrality with pure water. Then, the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which carries out reduced pressure distilling off of the toluene by 100 degrees C / 5mmHg, and is shown with the following empirical formula (7) of the (A) component as a resin-like solid was obtained. In addition, as a result of measuring the average molecular weight (MW) of this (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane, it was 10,000 and was nD=1.507.

[Formula 6]



(However, R3 is the mixture of a methyl group, an ethyl group, and a hydrogen atom.)

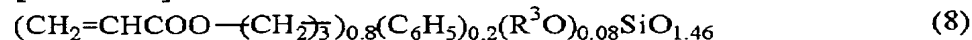
[0055] The constituent I-2 was obtained like the example 1 except using the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane from which the above was obtained.

[0056] Next, although the constituent coat with a thickness of 100 micrometers was produced silicon substrate Kami and on quartz glass like the example 1 and the same heatproof as an example 1 and the humidity test were performed using the above-mentioned constituent I-2, neither exfoliation, generating of a crack nor reduction of permeability was seen. Moreover, using the above-mentioned constituent I-2, the pattern formation of the core layer by the same approach as an example 1 is also possible, and thickness obtained the resolving pattern of 50micromL/S by 40 micrometers.

[0057] The [example 3] acryloyloxypropyl (triethoxysilane i) 187 weight section and the phenyltrimethoxysilane (ii) 48 weight section were taught to the flask (the mole ratio of (i):(ii) = 80:20), it added under stirring of the solution which mixed the water 46.1 weight section and the oxalic acid 2 hydrate 7.2 weight section as an acid catalyst to this, and the hydrolysis reaction was performed at 25 degrees C. Next, the condensation polymerization reaction was performed for 180 minutes, distilling off the alcohols which heated and carried out the byproduction of the reaction mixture to 80 degrees C.

[0058] A part for acidity was extracted after dissolving the obtained hydrolysis condensation polymerization object in toluene until extract water became neutrality with pure water. Then, the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane which carries out reduced pressure distilling off of the toluene by 100 degrees C / 5mmHg, and is shown by the following formula (8) of the (A) component as a resin-like solid was obtained. In addition, as a result of measuring the average molecular weight (MW) of this (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane, it was 9,000 and was nD=1.486.

[Formula 7]



(However, R3 is the mixture of a methyl group, an ethyl group, and a hydrogen atom.)

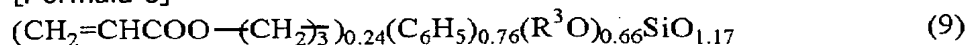
[0059] The constituent I-3 was obtained like the example 1 except using the (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane from which the above was obtained.

[0060] Next, although the constituent coat with a thickness of 100 micrometers was produced silicon substrate Kami and on quartz glass like the example 1 using the above-mentioned constituent I-3 and the same heatproof as an example 1 and the humidity test were performed, neither exfoliation, generating of a crack nor reduction of permeability was seen. Moreover, using the above-mentioned constituent I-3, the pattern formation of the core layer by the same

approach as an example 1 is also possible, and thickness obtained the resolving pattern of 50micromL/S by 40 micrometers.

[0061] On the same conditions as the [example 1 of comparison] example 1, acid concentration was set to 1/20, and the photoresist organopolysiloxane constituent was compounded. As a result of being shown by the following empirical formula (9) and measuring the average molecular weight (MW), the obtained (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane was 800, and was $n_D=1.520$.

[Formula 8]



(However, R³ is the mixture of a methyl group, an ethyl group, and a hydrogen atom.)

[0062] The 25-micrometer cladding layer was formed in silicon substrate Kami like the example 1 using the constituent I-4 prepared like the example 1 using this (meth)acryloyloxy radical content organopolysiloxane. However, in 200-degree-C heat resistance test, the exfoliation from a base was seen and, as for this resin layer, generating of a crack was also seen.

[0063] [Example 2 of comparison] thermosetting polysiloxane rubber dimethylpolysiloxane by which chain both ends were blocked by the dimethyl vinyl siloxy radical (the viscosity 1 in 25 degrees C —) It uses. the methyl hydrogen polysiloxane (the SiH radical to the vinyl group in viscosity 20cs:vinyl group content dimethylpolysiloxane : 1.5 mols/(mol)) and the platinum catalyst which have a SiH radical in 000cs(es) and a side chain — as a principal component — containing — heat hardening — a quartz-glass top — a hardening coat with a thickness of 100 micrometers — forming — 85 degree C and 85%RH, and the constant temperature of 500 hours — constant humidity processing was performed and the humidity test was performed. . After processing, it applied near 1,000nm, near 1,200nm, and to 1,400–1,600nm in 400nm – 1600nm, and the decline in permeability considered to be based on moisture absorption was seen.

[0064]

[Effect of the Invention] Raw material cost is also low, manufacture is easy and adjustment of a refractive index is [the optical waveguide formation ingredient which consists of a photoresist organopolysiloxane constituent of this invention has the thermal resistance which was excellent even if there was little adhesiveness, it was excellent in sensibility and definition and formed as a thick film in the state of un-hardening, moisture resistance, and the outstanding adhesive property over a base material after applying on a base, and gives the coat which was moreover excellent in moisture resistance considering as silicone resin compared with silicone rubber, and] also easy for it. Furthermore, according to the manufacture approach using the optical waveguide formation ingredient of this invention, using a photoresist, optical waveguide can be industrially manufactured advantageously by the easy production process without needing a dry etching process.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-227949

(P2003-227949A)

(43) 公開日 平成15年 8 月15日 (2003. 8. 15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
G 0 2 B 6/12		C 0 8 G 77/14	2 H 0 4 7
C 0 8 G 77/14		G 0 2 B 6/12	N 4 J 0 3 5

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-29516 (P2002-29516)

(22) 出願日 平成14年 2 月 6 日 (2002. 2. 6)

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

(72) 発明者 児玉 欣也

群馬県碓氷郡松井田町大字人見 1 番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(74) 代理人 100079304

弁理士 小島 隆司 (外 1 名)

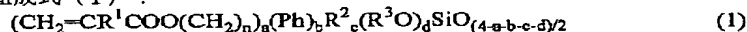
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光導波路形成材料及び光導波路の製造方法

(57) 【要約】

【化 1】

【解決手段】 (A) 平均組成式 (1) :



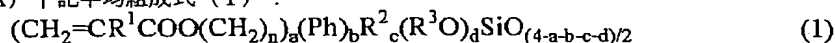
(R¹は水素原子又はメチル基、R²はC 1 ~ 8 のアルキル基又はC 2 ~ 8 のアルケニル基、Phはフェニル基、R³は水素原子又はC 1 ~ 4 のアルキル基。0. 0 5 ≤ a ≤ 0. 9、0. 1 ≤ b ≤ 0. 9、0 ≤ c ≤ 0. 2、0 < d ≤ 0. 5、かつ0. 8 ≤ a + b + c + d ≤ 1. 5、nは2 ~ 5である。) で表され、重量平均分子量1, 0 0 0 ~ 1 0 0, 0 0 0 の (メタ) アクリロイルオキシル基含有オルガノポリシロキサン、(B) 光増感剤を含有

してなる光硬化性オルガノポリシロキサン組成物から成る光導波路形成材料、及びこれを用いた光導波路の製造方法。

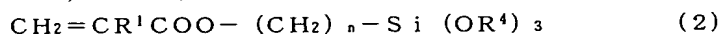
【効果】 上記光導波路形成材料は、製造容易で、原料コストも低く、基体上に塗布後、未硬化の状態で粘着性が少なく、感度及び解像性、耐熱性、耐湿性、接着性に優れた被膜を与え、屈折率調整も容易である。上記方法によれば、光導波路を工業的に有利に製造できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 下記平均組成式(1)：



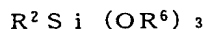
(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基、 R^2 は炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基、 Ph はフェニル基、 R^3 は水素原子又は炭素原子数1～4の非置換又はアルコキシ置換のアルキル基を示す。 a は0、 $0.5 \leq a \leq 0.9$ 、 b は0、 $0.1 \leq b \leq 0.9$ 、 c は $0 \leq c \leq 0.2$ 、 d は $0 < d \leq 0.5$ 、かつ $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$ をそれぞれ満足する数であり、 n は2～5の整数である。)で表され、重量平均分子量が1,000～100,000(GPCによる



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基、 R^4 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示し、 n は2～5の整数で



(式中、 Ph はフェニル基、 R^5 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表されるフェニルトリア



(式中、 R^2 は炭素原子数1～8のアルキル基又は炭素原子数2～8のアルケニル基、 R^6 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表されるオルガノトリアルコキシシランを前記一般式(2)のシラン1モル当たり0～5モル量とを共加水分解及び縮重合させることにより得られるものである請求項1記載の光導波路形成材料。

【請求項3】 請求項1又は2記載の光導波路形成材料を基材上に塗布後、光を照射して硬化被膜を得ることを特徴とする光導波路の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光伝送体としての導波路を形成する材料、具体的には、光照射により、厚膜形成しても耐熱性、耐湿性に優れた被膜を与える光硬化性オルガノポリシロキサン組成物からなる光導波路形成材料、及びそれを用いた光導波路の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】高分子材料であるポリシロキサン系樹脂は、(1)透明性が高い、(2)耐熱性が高い、(3)石英ガラスなどに比べ価格が安く加工性も高いなどの点から、光導波路などの光伝送体として注目されているが、厚膜形成時における耐クラック性や高湿環境下での伝送損失などの特性劣化、工程の面倒な点などの問題が残っている。

【0003】そこで、これらポリシロキサン系樹脂の問題点を解決するため、特開2001-59918号公報には、シリコンラダー系樹脂を用いることにより、20 μm を超える厚膜での光導波路形成に関する技術が開

【化1】

ポリスチレン換算値)である(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサン

(B) 光増感剤

を含有する光硬化性オルガノポリシロキサン組成物からなることを特徴とする光導波路形成材料。

【請求項2】 (A) 成分の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンが、下記一般式

(2)：

ある。)で表される(メタ)アクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシランと、下記一般式(3)：

(3)

ルコキシシランを前記一般式(2)のシラン1モル当たり0.2～20モル量と、下記一般式(4)：

(4)

示されている。これは熱硬化型樹脂を特徴とし、光導波路製造に際しドライエッチング工程が含まれるものであり、工程が面倒であった。

【0004】また、特許第3133039号公報には、光硬化性シリコンオリゴマーにより、光架橋後の未反応部分(マスクによる遮光部分)を適当な溶媒で洗い流す簡便な方法で光導波路のコアリッジを直接作製する技術が開示されている。なお、この光導波路材の特徴は、光重合性基を有する分子をシロキサンオリゴマーに混合させるところにあり、光重合性基が共有結合により直接シリコンに結合したオリゴマーではない。

【0005】ポリシロキサンを含め一般にプラスチック系光学材料は、高湿環境下において吸湿による光の伝搬損失があり、特開2001-33640号公報では、非晶質フッ素樹脂層で光導波路のクラッド層を覆うことでこの問題の解決を図っているが、これはコア及びクラッド層を形成する樹脂に直接耐湿性を与えたものではない。特開平08-311139号公報には、光硬化性オルガノポリシロキサン組成物が開示されているが、この組成物において使用されるアクリル官能性オルガノポリシロキサン樹脂は、分子中にアルコキシ基又はヒドロキシ基等の官能性基を持たない(即ち、トリオルガノシロキシ基で封鎖されている)ものであるため、加熱条件下における基材に対する接着性などに劣ったものであり、また光導波路材料として重要なファクターである屈折率に関する趣旨の記述はない。

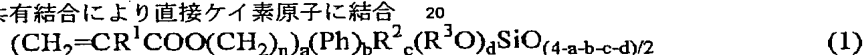
【0006】従って、厚膜形成時においても被膜の耐熱、耐湿性、基材に対する接着性等に優れ、光伝送体として高品質の光導波路を簡単かつ工業的に有利に与える技術の開発が望まれる。

【0007】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、感度、解像性に優れ、厚膜形成しても耐熱性及び耐湿性、接着性に優れた被膜を与える光硬化性オルガノポリシロキサン組成物からなる光導波路形成材料及びそれを用いた実用的かつ工業的に有利な光導波路の製造方法を提供することを目的とする。

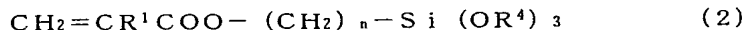
【0008】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者は、上記目的を達成するため鋭意検討を重ねた結果、下記一般式(2)で表される(メタ)アクリロイル

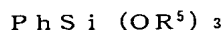
オキシアルキルトリアルコキシシランと、下記一般式(3)で表されるフェニルトリアルコキシシランと、必要により下記一般式(4)で表されるオルガノトリアルコキシシランとを特定割合で共加水分解及び縮重合させることにより得ることができる下記平均組成式(1)で表され、平均分子量が1,000~100,000(GPCによるポリスチレン換算値)であり、樹脂のシロキサン骨格が実質的に3官能性シロキサン単位(即ち、オルガノシルセスキオキサン単位)のみから構成されている、光重合性基が共有結合により直接ケイ素原子に結合



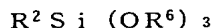
(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基、 R^2 は炭素原子数1~8のアルキル基又は炭素原子数2~8のアルケニル基、 Ph はフェニル基、 R^3 は水素原子又は炭素原子数1~4の非置換又はアルコキシ置換のアルキル基を示す。 a は $0.05 \leq a \leq 0.9$ 、 b は $0.1 \leq b \leq 0.9$ 、 c は $0 \leq c \leq 0.2$ 、 d は $0 < d \leq 0.5$ 、かつ $0.8 \leq a+b+c+d \leq 1.5$ をそれぞれ満足する数であり、 n は2~5の整数である。)で表され、重量平



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基、 R^4 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示し、 n は2~5の整数で

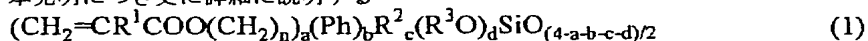


(式中、 Ph はフェニル基、 R^5 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表されるフェニルトリア



(式中、 R^2 は炭素原子数1~8のアルキル基又は炭素原子数2~8のアルケニル基、 R^6 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表されるオルガノトリアルコキシシランを前記一般式(2)のシラン1モル当たり0~5モル量とを共加水分解及び縮重合させることにより得られたものである上記光導波路形成材料、(I I)上記光導波路形成材料を基材上に塗布後、光を照射して硬化被膜を得ることを特徴とする光導波路の製造方法を提供する。

【0010】以下、本発明につき更に詳細に説明する



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基、 R^2 は炭素原子数

した(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンと、光増感剤とを含有してなる光硬化性オルガノポリシロキサン組成物が、感度、解像性に優れ、厚膜形成しても硬化後に耐熱性、耐湿性に優れた被膜を与えること、更に、(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの有機基(アルキル基、アルケニル基、フェニル基などのケイ素原子に結合した1価炭化水素基)の導入比率を変えるだけで屈折率の制御を容易に行うこともできること、従って、基材上にこの光硬化性オルガノポリシロキサン組成物を塗布して光を照射して硬化させることにより、フォトソングラフイーのみでドライエッチングを必要とせず、厚膜形成時においても耐クラック性、加熱条件下における接着性、耐湿環境下での光伝送損失などの特性劣化がない光導波路を工業的に有利に製造できることを知見し、本発明をなすに至った。

【0009】従って、本発明は、(I)(A)下記平均組成式(1)：

【化2】

均分子量が1,000~100,000(GPCによるポリスチレン換算値)である(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサン

(B)光増感剤

を含有する光硬化性オルガノポリシロキサン組成物からなることを特徴とする光導波路形成材料、(I I)上記

(A)成分の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンが、下記一般式(2)：

ある。)で表される(メタ)アクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシランと、下記一般式(3)：

(3)

ルコキシシランを前記一般式(2)のシラン1モル当たり0.2~20モル量と、下記一般式(4)：

(4)

と、本発明に用いる(A)成分の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンは、下記一般式

(1)で示されるもので、三次元網状に分岐した構造を有する、分子中のシロキサン骨格が、実質的に3官能性シロキサン単位(即ち、オルガノシルセスキオキサン単位)のみから構成されるオルガノポリシロキサンである。

【0011】

【化3】

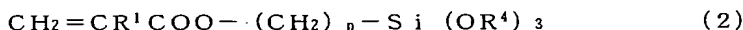
1~8のアルキル基又は炭素原子数2~8のアルケニル

基、Phはフェニル基、 R^3 は水素原子又は炭素原子数1～4の非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。 a は $0.05 \leq a \leq 0.9$ 、 b は $0.1 \leq b \leq 0.9$ 、 c は $0 \leq c \leq 0.2$ 、 d は $0 < d \leq 0.5$ 、かつ $0.8 \leq a + b + c + d \leq 1.5$ をそれぞれ満足する数であり、 n は2～5の整数である。)

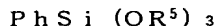
【0012】上記式(1)中の置換基 R^2 としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、オクチル基、 α -エチルヘキシル基等の炭素原子数1～8のアルキル基、ビニル基、アリル基、プロペニル基、イソプロペニル基、ブテニル基等の炭素原子数2～8のアルケニル基が挙げられ、中でも好ましいのはメチル基である。なお、上記で例示したアルキル基の炭素原子に結合した水素原子の一部又は全部を重水素化したアルキル基も使用できる。

【0013】 R^3 の炭素原子数1～4の非置換又はアルコキシ置換のアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、メトキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシメチル基、エトキシエチル基が挙げられ、中でも好ましいのはメチル基である。なお、これらを重水素化(好ましくは過重水素化)したアルキル基も使用できる。

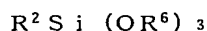
【0014】式(1)中、 a は組成物が感光性を示す上で重要な役割を果たす(メタ)アクリロイルオキシ基の割合を示し、 $0.05 \leq a \leq 0.9$ 、好ましくは $0.1 \leq a \leq 0.5$ を満足する数である。 b は得られる硬化物に耐熱性を付与するフェニル基の量を示し、 $0.1 \leq b \leq 0.9$ 、好ましくは $0.5 \leq b \leq 0.9$ であり、 c は



(式中、 R^1 、 n は前記と同じであり、 R^4 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表される(メ



(式中、Phは前記と同じであり、 R^5 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で示されるフェニル



(式中、 R^2 は前記と同じであり、 R^6 は非置換又はアルコキシ置換アルキル基を示す。)で表されるオルガノトリアルコキシシランとを、共加水分解及び縮重合に供することにより製造することができる。

【0018】ここで、前記一般式(2)の R^4 で表される非置換又はアルコキシ置換アルキル基は、一般に炭素原子数1～12のもの、特に炭素原子数1～4のものが好ましく、このような非置換アルキル基、アルコキシ置換アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ネオペンチル基、ヘ

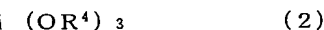
$0 \leq c \leq 0.2$ 、好ましくは $0 \leq c \leq 0.1$ 、 d は $0 < d \leq 0.5$ 、好ましくは $0 < d \leq 0.1$ を満足し、かつ $0.8 \leq a + b + c + d \leq 1.5$ 、好ましくは $1 \leq a + b + c + d \leq 1.1$ を満足する数である。 n は2～5の整数であり、好ましくは $n=3$ である。

【0015】また、式(1)の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンは、オルガノポリシロキサン中の有機基(アルキル基、アルケニル基、フェニル基等のケイ素原子に結合した1価炭化水素基)の導入比率を変えるだけで、その屈折率 n_D を容易に調整できる。光導波路は一般にコアとクラッド層の屈折率の差が0.3%前後であり、上記オルガノポリシロキサンにおいては、その屈折率の制御を有機基(アルキル基、アルケニル基、フェニル基などのケイ素原子に結合した1価炭化水素基やケイ素原子に結合したアルコキシ基)の導入比率を変えることで行うことができる。なお、式

(1)の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの屈折率 n_D は、1.47～1.55、特に1.50～1.55の範囲とすることができる。

【0016】上記(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンは、重量平均分子量が1,000～100,000(GPCによるポリスチレン換算値、以下同様)であり、好ましくは5,000～50,000である。重量平均分子量が小さすぎると、耐熱性及び耐湿性に優れた被膜が得られず、本発明の目的を達成できない場合があり、大きすぎると溶剤に対する溶解性が低下し、光導波路製造時の解像性が低下する場合があります。

【0017】上記式(1)の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンは、例えば下記一般式(2)：



タ)アクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシランと、下記一般式(3)：



トリアルコキシシラン、更には必要に応じて下記一般式(4)：



キシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、メトキシメチル基、メトキシエチル基、エトキシメチル基、エトキシエチル基等が挙げられる。中でも好ましいのは、メチル基であり、目的により重水素化したアルキル基も使用できる。

【0019】前記一般式(3)の R^5 、前記一般式(4)の R^6 で表される非置換又はアルコキシ置換アルキル基としては、前記 R^4 で表される非置換又はアルコキシ置換アルキル基と同様のものが挙げられる。

【0020】前記一般式(2)で表される(メタ)アクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシランの具体例

としては、例えばアクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン、アクリロイルオキシプロピルトリプロポキシシラン、(2-メチル)アクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、(2-メチル)アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン、アクリロイルオキシプロピルトリ(メトキシエトキシ)シラン等が挙げられる。

【0021】前記一般式(3)で表されるフェニルトリアルコキシシランの具体例としては、例えばフェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、フェニルトリプロポキシシラン、フェニルトリブトキシシラン等が挙げられる。

【0022】前記一般式(4)で表されるオルガノトリアルコキシシランの具体例としては、例えばメチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、メチルトリブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、エチルトリプロポキシシラン、エチルトリブトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルトリエトキシシラン、プロピルトリプロポキシシラン、プロピルトリブトキシシラン等のアルキルトリアルコキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリ(メトキシエトキシ)シラン等のアルケニルトリアルコキシシランなどが挙げられる。

【0023】上記製造方法では、まず、一般式(2)の(メタ)アクリロイルオキシアルキルトリアルコキシシランと一般式(3)のフェニルトリアルコキシシランとを、モル比で一般式(2)のシラン：一般式(3)のシランが1：0.2～20、好ましくは1：1～5の範囲となるように使用し、好ましくは酸触媒存在下、共加水分解反応させてシラノール基を有する共加水分解縮合物を得ることができる。

【0024】ここで、式(2)のシランと式(3)のシランとのモル比が上記範囲外であると、目的とする式(1)の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得ることができない。

【0025】更にこの場合、式(2)、(3)のシランと共に、必要に応じて式(4)のオルガノトリアルコキシシランを配合できるが、式(4)のオルガノトリアルコキシシランの配合量は、前記一般式(2)のシラン1モル当たり0～4モル量、特に0～2モル量が好ましく、配合量が多すぎると、組成式(1)中のR²量が多くなって耐熱性、耐湿性が悪くなる場合がある。

【0026】前記の共加水分解は、酸触媒の存在下に行うのが好ましい。酸触媒としては、公知の酸触媒である無機酸及び有機酸を用いることができ、具体的には、塩酸、硫酸等の無機酸；酢酸、シュウ酸等の有機酸が挙げられる。中でも好ましいのはシュウ酸である。

【0027】酸触媒の使用量は、前記一般式(2)、(3)及び(4)で示されるアルコキシシランの合計量

100重量部に対し、通常0.1～4.0重量部が好適であり、酸触媒量が少なすぎると目的の式(1)の特定平均分子量を有する(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得ることができない。共加水分解は、通常0～50℃で行えばよい。

【0028】このようにして得られる共加水分解物は、次に縮重合に供される。この縮重合反応の条件は、前記一般式(1)のオルガノポリシロキサンの分子量をコントロールする上で重要である。

【0029】重縮合反応条件は、70～80℃の反応温度条件下で60分間以上、特に120～180分間とすることが好ましい。反応温度が低すぎたり、反応時間が短かすぎると重縮合反応が満足に進まない場合がある。

【0030】特に平均分子量、例えば重量平均分子量1,000以上(GPCによるポリスチレン換算値)のオルガノポリシロキサンを得るためには、上記の共加水分解により生じたシラノール基と、共加水分解後も残存するアルコキシ基を上記反応条件で縮重合することが好ましい。このようにして共加水分解及び縮重合を経て得られた共加水分解縮重合物中には、アルコキシ基が一部残存しており、一部のシラノール基も未反応のまま残存している。この残存するアルコキシ基及び/又はシラノール基(即ち、ケイ素原子に結合したヒドロキシ基)を分子中に必須に含有することによって、本組成物を硬化させて得られる光導波路材料は、加熱条件下においても、基材に対する接着性や光導波路材料同志の接着性に優れたものとなる。

【0031】本発明に用いる(B)成分の光増感剤としては、通常光増感剤として使用されているものであれば特に制限はないが、特に透明性に優れたものが好適である。光増感剤として具体的には、ベンゾイル基を有する化合物、例えば2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオフェノン、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、テトラ(tert-ブチルペロキシカルボニル)ベンゾフェノン、ベンゾフェノン等が挙げられる。

【0032】(B)成分の光増感剤の配合量は、前記(A)成分の(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサン100重量部に対し、0.0001～20重量部、好ましくは0.1～10重量部である。

【0033】本発明の光硬化性オルガノポリシロキサン組成物から成る光導波路形成材料は、前記(A)及び(B)成分のほか、必要により溶剤、例えばヒドロキノンモノメチルエーテル、2,6-ジ(tert-ブチル)-4-メチルフェノール等の重合禁止剤、更には通常光硬化性オルガノポリシロキサン組成物に用いるその他の添加剤などを本発明の効果を妨げない範囲で配合することができる。

【0034】溶剤としては、例えばトルエン、キシレン、メチルイソブチルケトン、1-メトキシ-2-プロパノール等が挙げられ、その使用量は、組成物全体で0

～80重量%が好ましい。

【0035】本発明に係る光硬化性オルガノポリシロキサン組成物は、前記(A)成分及び(B)成分、更にはその他の必要な成分を均一に混合して得ることができる。

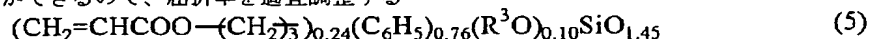
【0036】このようにして得られた本発明の組成物から成る光導波路形成材料は、例えば次のように用いられる。即ち、スピンナー等の塗布装置を用いて所定の基体に塗布し、組成物に溶剤が含まれる場合は溶剤を除去して、好ましくは10～100 μ m(溶剤乾燥後の厚さ)、より好ましくは40～80 μ mの組成物被膜を形成した後、マスクアライナー等を用い、これに直接、或いはフォトリソで組成物被膜表面を遮蔽してから、光を照射して該組成物被膜の露光部分を硬化させる。

【0037】用いる基体としては、例えばシリコンウェハー、石英ガラス等が挙げられる。

【0038】また、照射光としては、例えば遠紫外線(波長:例193nm, 253nm)、i線(波長:365nm)、g線(波長:436nm)、h線(波長:405nm)等の紫外線が挙げられ、光照射量は20～1,000mJの範囲とすることができる。

【0039】前記フォトリソで遮蔽された未硬化の組成物被膜は、例えばメチルイソブチルケトン、トルエン、イソプロピルアルコール、ヘキサン、アセトンなどの溶剤を単独および混合して用い、溶解、除去することにより、前記フォトリソに応じたパターンを形成できる。硬化後、好ましくは100～150℃で1～2時間加熱することにより、硬化させた組成物被膜中に残存する溶剤等の揮発分が完全に飛散し、耐熱性、耐湿性、密着性に優れた被膜を得ることができる。

【0040】本発明の光導波路形成材料は、上記したようにその屈折率の制御を有機基の導入比率を変えるだけで簡単に行うことができるので、屈折率を適宜調整する



(但し、 R^3 はメチル基、エチル基、水素原子の混合物である。)

【0044】次に、得られた(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサン100重量部をトルエン20重量部に溶解した溶液に2-ハイドロキシ-2-メチルプロピオフェノン3重量部を加えた後、孔径が0.5 μ mのメンブレンフィルターでろ過し、本発明に係る組成物I-1を得た。得られた組成物I-1をシリコンウェハー上にスピンコート法により塗布し、80℃乾燥機で10分乾燥させた。この組成物被膜は、未硬化の状態で粘性はなかった。

【0045】この組成物被膜に、マスクアライナーを用い露光して硬化させた後(400mJ)、イソプロピルアルコールで洗浄し、シリコンウェハー上に厚さが25 μ mの組成物を硬化させた被膜(クラッド層)を得た。

ことで、コア層、クラッド層の形成材料として使用することができる。なお、光導波路は、一般にコアとクラッド層の屈折率の差が0.3%前後であり、有機基の導入比率の異なる特定の屈折率差を有する本発明材料を用いることで、クラッド層及びコア層の両層を本発明材料で形成可能である。

【0041】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を更に具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、本例中、平均分子量は、GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフ)によるポリスチレン換算値であり、また記号Mwは重量平均分子量、ndはポリマーの屈折率を意味する。

【0042】【実施例1】アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン(i)56.2重量部、及びフェニルトリエトキシシラン(ii)182.4重量部をフラスコに仕込み((i):(ii)のモル比=24:76)、これに水46.1重量部及び酸触媒としてのシュウ酸2水和物7.2重量部を混合した溶液を攪拌下で添加し、25℃で加水分解反応を行った。次に、反応混合物を80℃に加熱し、副生したアルコール類を留去しながら縮重合反応を180分間行った。

【0043】得られた加水分解縮重合物をトルエンに溶解した後、純水にて抽出水が中性になるまで酸性分を抽出した。その後、トルエンを100℃/5mmHgで減圧留去し、樹脂状の固形物として(A)成分の下記組成式(5)で示される(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得た。なお、この(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの平均分子量(Mw)を測定した結果、8,000であり、nd=1.530であった。

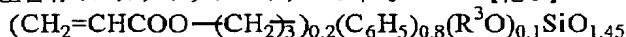
【化4】

このクラッド層で被覆された基盤を100℃で1時間乾燥させた。

【0046】一方、アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン(i)93.6重量部、及びフェニルトリエトキシシラン(ii)384重量部をフラスコに仕込み((i):(ii)のモル比=20:80)、これに水46.1重量部及び酸触媒としてのシュウ酸2水和物7.2重量部を混合した溶液を攪拌下で添加し、25℃で加水分解反応を行った。次に、反応混合物を80℃に加熱し、副生したアルコール類を留去しながら縮重合反応を180分間行った。

【0047】得られた加水分解縮重合物をトルエンに溶解した後、純水にて抽出水が中性になるまで酸性分を抽出した。その後、トルエンを100℃/5mmHgで減圧留去し、樹脂状の固形物として(A)成分の下記組成

式(6)で示される(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得た。なお、この(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの平均



(但し、 R^3 はメチル基、エチル基、水素原子の混合物である。)

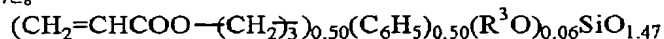
【0048】次に、得られた(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサン100重量部と、トルエン20重量部に溶解した溶液に2-ハイドロキシ-2-メチルプロピオフェノン3重量部を加え、孔径が0.5 μm のメンブレンフィルターでろ過し、本発明に係る組成物I-1を得た。得られた組成物I-1を、前記シリコンウェハー上に形成されたクラッド層上にスピコート法により塗布し、80℃乾燥機で10分乾燥させた。この組成物被膜は、未硬化の状態で粘着性はなかった。

【0049】上記組成物被膜に、マスクアライナーを用い、予め光導波路に応じてパターンを形成したフォトマスクを密着させ、露光して硬化した後(400mJ)、イソプロピルアルコールを用いて現像したところ、クラッド層上に厚さが40 μm で、50 $\mu\text{mL}/\text{S}$ の解像パターン(コア層)を得た。この下部クラッド・コア層で被覆された基盤を100℃、1時間乾燥させた。

【0050】更に、得られた下部クラッド・コア層上に上記組成物I-1をスピコート法により塗布し、80℃乾燥機で10分乾燥させた。この組成物被膜は、未硬化の状態で粘着性はなかった。

【0051】上記組成物被膜に、マスクアライナーを用い、露光して硬化させた後(400mJ)、イソプロピルアルコールを用いて洗浄したところ、下部クラッド・コア層上に、下部クラッド層上端から計算して厚さが70 μm の上部クラッド層を得た。この光導波路を100℃、1時間乾燥させた。

【0052】上記光導波路について、耐熱性、耐湿性を下記方法で評価した。



(但し、 R^3 はメチル基、エチル基、水素原子の混合物である。)

【0055】上記の得られた(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを用いる以外は実施例1と同様にして、組成物I-2を得た。

【0056】次に、上記組成物I-2を用いて、実施例1と同様にシリコン基板および石英ガラス上に厚さ100 μm の組成物被膜を作製し、実施例1と同様の耐熱、耐湿性試験を行ったが、剥離、クラックの発生や、透過率の減少は見られなかった。また、上記組成物I-2を用いて実施例1と同様の方法によるコア層のパターン形成も可能であり、厚さが40 μm で、50 $\mu\text{mL}/$

分子量(M_w)を測定した結果、8,000であり、 $n_D=1.534$ であった。

【化5】

(6)

耐熱性試験

得られた光導波路を200℃の乾燥機で、500時間加熱した。その結果、基盤からの剥離、クラックの発生は見られなかった。

耐湿性試験

組成物I及び組成物IIを石英ガラス上に塗布し、光硬化により厚さ100 μm の膜を形成し、85℃・85%RH、500時間の恒温恒湿処理を行った。400nm~1,600nmの透過率の測定において、処理後の結果は、処理前の結果と同じであり、吸湿による変化は見られなかった。

【0053】[実施例2]アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン(i)117重量部、及びフェニルトリメトキシシラン(ii)120重量部をフラスコに仕込み((i):(ii)のモル比=50:50)、これに水46.1重量部及び酸触媒としてのシュウ酸2水和物7.2重量部を混合した溶液を攪拌下で添加し、25℃で加水分解反応を行った。次に、反応混合物を80℃に加熱し、副生したアルコール類を留去しながら縮重合反応を180分間行った。

【0054】得られた加水分解縮重合物をトルエンに溶解した後、純水にて抽出水が中性になるまで酸性分を抽出した。その後、トルエンを100℃/5mmHgで減圧留去し、樹脂状の固形物として(A)成分の下記組成式(7)で示される(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得た。なお、この(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの平均分子量(M_w)を測定した結果、10,000であり、 $n_D=1.507$ であった。

【化6】

(7)

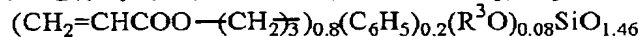
Sの解像パターンを得た。

【0057】[実施例3]アクリロイルオキシプロピルトリエトキシシラン(i)187重量部、及びフェニルトリメトキシシラン(ii)48重量部をフラスコに仕込み((i):(ii)のモル比=80:20)、これに水46.1重量部及び酸触媒としてのシュウ酸2水和物7.2重量部を混合した溶液を攪拌下で添加し、25℃で加水分解反応を行った。次に、反応混合物を80℃に加熱し、副生したアルコール類を留去しながら縮重合反応を180分間行った。

【0058】得られた加水分解縮重合物をトルエンに溶解した後、純水にて抽出水が中性になるまで酸性分を抽

出した。その後、トルエンを100℃/5mmHgで減圧留去し、樹脂状の固形物として(A)成分の下記式

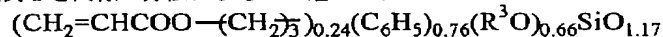
(8)で示される(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを得た。なお、この(メタ)ア



(但し、R³はメチル基、エチル基、水素原子の混合物である。)

【0059】上記の得られた(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの用いる以外は実施例1と同様にして、組成物I-3を得た。

【0060】次に、上記組成物I-3を用いて実施例1と同様にしてシリコン基板上および石英ガラス上に厚さ100μmの組成物被膜を作製し、実施例1と同様の耐熱、耐湿性試験を行ったが、剥離、クラックの発生や、透過率の減少は見られなかった。また、上記組成物I-3を用いて、実施例1と同様の方法によるコア層のパ



(但し、R³はメチル基、エチル基、水素原子の混合物である。)

【0062】この(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンを使用して実施例1と同様に調製した組成物I-4を用いて、実施例1と同様にシリコン基板上に25μmのクラッド層を形成した。しかしこの樹脂層は、200℃耐熱性試験において、基盤からの剥離がみられ、クラックの発生も見られた。

【0063】【比較例2】熱硬化性ポリシロキサンゴム(分子鎖両末端がジメチルビニルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン(25℃での粘度1,000cS)と側鎖にSiH基を有するメチルヒドロジェンポリシロキサン(粘度20cS:ビニル基含有ジメチルポリシロキサン中のビニル基に対するSiH基:1.5モル/モル)と白金触媒とを主成分として含有する)を用い、加熱硬化により石英ガラス上に厚さ100μmの硬化被膜を形成し、85℃・85%RH、500時間の

リロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンの平均分子量(M_w)を測定した結果、9,000であり、n_D=1.486であった。

【化7】

(8)

ー形成も可能であり、厚さが40μmで、50μmL/Sの解像パターンを得た。

【0061】【比較例1】実施例1と同様の条件で、酸濃度を20分の1にし、光硬化性オルガノポリシロキサン組成物の合成を行った。得られた(メタ)アクリロイルオキシ基含有オルガノポリシロキサンは下記組成式(9)で示されるもので、その平均分子量(M_w)を測定した結果、800であり、n_D=1.520であった。

【化8】

(9)

恒温恒湿処理を行って、耐湿性試験を行った。処理後には400nm~1600nmにおいて1,000nm付近、1,200nm付近及び1,400~1,600nmにかけて、吸湿によると思われる透過率の低下が見られた。

【0064】

【発明の効果】本発明の光硬化性オルガノポリシロキサン組成物からなる光導波路形成材料は、製造が容易であり、原料コストも低く、基体上に塗布後、未硬化の状態で粘着性が少なく、感度及び解像性に優れ、厚膜として形成しても優れた耐熱性、耐湿性、基材に対する優れた接着性を有し、しかも、シリコンレジンとすることでシリコンゴムに比べて耐湿性に優れた被膜を与え、屈折率の調整も容易である。更に、本発明の光導波路形成材料を用いた製造方法によれば、光硬化性を利用して、ドライエッチング工程を必要としないで光導波路を簡単な製造工程で工業的に有利に製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 柏木 努

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

(72)発明者 塩原 利夫

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10
信越化学工業株式会社シリコン電子材料
技術研究所内

Fターム(参考) 2H047 PA02 PA15 PA24 PA28 QA05

TA41

4J035 BA01 BA11 CA041 CA051

CA061 CA101 CA131 EBO1